

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**PRIORITY
DOCUMENT**SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

REC'D 02 NOV 2004

WIPO

PCT

EP04/011584

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

| | |
|-------------------|--|
| Aktenzeichen: | 103 49 059.0 |
| Anmeldetag: | 17. Oktober 2003 |
| Anmelder/Inhaber: | BASF Aktiengesellschaft, 67056 Ludwigshafen/DE |
| Bezeichnung: | Verfahren zur destillativen Auftrennung von Gemischen enthaltend Ethylenamine |
| IPC: | C 07 C, C 07 B, B 01 D |

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 12. August 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Wehner

Patentansprüche

1. Verfahren zur destillativen Auftrennung von Gemischen enthaltend Ethylenamine, dadurch gekennzeichnet, dass die Auftrennung in einer oder mehreren Trennwandkolonnen durchgeführt wird.
- 5
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei den Ethylenaminen um Ethyldiamin (EDA), Piperazin (PIP), Diethylentriamin (DETA), Aminoethylethanolamin (AEEA) und/oder Monoethanolamin (MEOA) handelt.
- 10
3. Verfahren nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Trennwandkolonne (TK) jeweils eine Trennwand (T) in Kolonnenlängsrichtung unter Ausbildung eines oberen gemeinsamen Kolonnenbereichs (1), einen unteren gemeinsamen Kolonnenbereichs (6), eines Zulaufteils (2, 4) mit Verstärkungsteil (2) und Abtriebsteil (4), sowie eines Entnahmeteils (3, 5) mit Verstärkungsteil (3) und Abtriebsteil (5) aufweist, wobei die Zuführung des aufzutrennenden Gemisches (Feed) im mittleren Bereich des Zulaufteils (2, 4), die Abführung der Hochsiederfraktion über Sumpf (Sumpfabzug C), die Abführung der Leichtsiederfraktion über Kopf (Kopfabzug A) und die Abführung der Mittelsiederfraktion aus dem mittleren Bereich des Entnahmeteils (3, 5) (Seitenabzug B) erfolgt.
- 15
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Trennwandkolonne 30 bis 100 theoretische Trennstufen aufweist bzw. die Trennwandkolonnen jeweils 30 bis 100 theoretische Trennstufen aufweisen.
- 20
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass es sich bei dem Gemisch enthaltend Ethylenamine um ein Produkt, erhalten durch Umsetzung von MEOA mit Ammoniak und nachfolgender teilweiser oder vollständiger Abtrennung von Ammoniak und Wasser, handelt.
- 25
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Gemisch enthaltend Ethylenamine in einer Trennwandkolonne aufgearbeitet wird, in der EDA als Kopfprodukt und PIP als Seitenabzugsstrom gewonnen wird, wobei der Betriebsdruck 0,1 bis 5 bar beträgt.
- 30
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass nach der Abtrennung von EDA und PIP in einer Trennwandkolonne weiter aufgearbeitet wird, in der MEOA als Kopfprodukt gewonnen wird und DETA als

Seitenabzugsstrom gewonnen wird, wobei der Betriebsdruck 0,01 bis 2,5 bar beträgt.

8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass nach der Abtrennung von EDA, PIP, MEOA und DETA in einer Trennwandkolonne weiter aufgearbeitet wird, in der AEEA als Seitenabzugsstrom gewonnen wird, wobei der Betriebsdruck 0,001 bis 1,0 bar beträgt.
9. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch, dadurch gekennzeichnet, dass das Sumpfprodukt der Trennwandkolonne zur Gewinnung von AEEA in einer oder mehreren weiteren konventionellen Destillationskolonnen zur Aufkonzentrierung und Reinigung weiterer, höher siedender Ethylenamine und/oder Ethylenaminoalkohole weiter aufgearbeitet wird.
10. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Sumpfstrom der Trennwandkolonne in weiteren konventionellen Destillationskolonnen weiter aufgearbeitet wird, wobei zuerst MEOA in einer Destillationskolonne als Kopfprodukt gewonnen wird und aus dem Sumpfstrom dieser Kolonne in der nächsten Kolonne DETA als Kopfprodukt gewonnen wird, und der Sumpfstrom dieser Kolonne einer oder mehreren weiteren konventionellen Kolonnen zugeführt wird, um AEEA zu gewinnen, oder der Sumpfstrom dieser Kolonne einer Trennwandkolonne zugeführt wird, in der AEEA als Seitenabzugsstrom gewonnen wird.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Gemisch enthaltend Ethylenamine einer konventionellen Destillationskolonne zugeführt wird, in der ein EDA/PIP-Gemisch als Kopfprodukt gewonnen wird, und in einer weiteren konventionellen Kolonne in EDA und PIP aufgetrennt wird, und der Sumpfstrom dieser Kolonne in einer Trennwandkolonne weiter aufgearbeitet wird, so dass MEOA als Kopfprodukt gewonnen wird und DETA als Seitenabzugsstrom anfällt, und der Sumpfstrom dieser Trennwandkolonne einer oder mehreren konventionellen Destillationskolonnen zugeführt wird, um AEEA zu gewinnen, oder der Sumpfstrom dieser Trennwandkolonne einer weiteren Trennwandkolonne zugeführt wird, in der AEEA als Seitenabzugsstrom gewonnen wird.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass der obere gemeinsame Kolonnenbereich (1) der Trennwandkolonne (TK) zur Abtrennung von EDA und PIP 5 bis 50 %, der Verstärkungsteil (2) des Zulaufteils (2, 4) der Kolonne 5 bis 50 %, der Abtriebsteil (4) des Zulaufteils der Kolonne 5 bis 50 %, der Verstärkungsteil (3) des Entnahmeteils (3, 5) der Kolonne 5 bis

50 %, der Abtriebsteil (5) des Entnahmeteils der Kolonne 5 bis 50 %, und der gemeinsame untere Bereich (6) der Kolonne 5 bis 50 % der Gesamtzahl der theoretischen Trennstufen der Kolonne aufweist.

- 5 13. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 9 oder 11, dadurch gekennzeichnet, dass der obere gemeinsame Kolonnenbereich (1) der Trennwandkolonne (TK) zur Abtrennung von MEOA und DETA 5 bis 50 %, der Verstärkungsteil (2) des Zulaufteils (2, 4) der Kolonne 5 bis 50 %, der Abtriebsteil (4) des Zulaufteils der Kolonne 5 bis 50 %, der Verstärkungsteil (3) des Entnahmeteils (3, 5) der Kolonne 5 bis 50 %, der Abtriebsteil (5) des Entnahmeteils der Kolonne 5 bis 50 %, und der gemeinsame untere Bereich (6) der Kolonne 5 bis 50 % der Gesamtzahl der theoretischen Trennstufen der Kolonne aufweist.
- 10 14. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass der obere gemeinsame Kolonnenbereich (1) der Trennwandkolonne (TK) zur Abtrennung von AEEA 5 bis 50 %, der Verstärkungsteil (2) des Zulaufteils (2, 4) der Kolonne 5 bis 50 %, der Abtriebsteil (4) des Zulaufteils der Kolonne 5 bis 50 %, der Verstärkungsteil (3) des Entnahmeteils (3, 5) der Kolonne 5 bis 50 %, der Abtriebsteil (5) des Entnahmeteils der Kolonne 5 bis 50 %, und der gemeinsame untere Bereich (6) der Kolonne 5 bis 50 % der Gesamtzahl der theoretischen Trennstufen der Kolonne aufweist.
- 15 15. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass in der Trennwandkolonne (TK) die Summe der Zahl der theoretischen Trennstufen der Teilbereiche (2) und (4) im Zulaufteil 80 bis 110 % der Summe der Zahl der Trennstufen der Teilbereiche (3) und (5) im Entnahmeteil beträgt.
- 20 16. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass die Zulaufstelle und die Seitenabzugsstelle der Trennwandkolonne zur Abtrennung von EDA und PIP hinsichtlich der Lage der theoretischen Trennstufen auf unterschiedlicher Höhe in der Kolonne angeordnet sind, indem sich die Zulaufstelle um 1 bis 10 theoretische Trennstufen von der Seitenabzugsstelle unterscheidet.
- 25 17. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 16, dadurch gekennzeichnet, dass die Zulaufstelle und die Seitenabzugsstelle der Trennwandkolonne zur Abtrennung von MEOA und DETA hinsichtlich der Lage der theoretischen Trennstufen auf unterschiedlicher Höhe in der Kolonne angeordnet sind, indem sich die Zulaufstelle um 1 bis 20 theoretische Trennstufen von der Seitenabzugsstelle unterscheidet.
- 30 18. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass die Zulaufstelle und die Seitenabzugsstelle der Trennwandkolonne zur Abtrennung von AEEA hinsichtlich der Lage der theoretischen Trennstufen auf unterschiedlicher Höhe in der Kolonne angeordnet sind, indem sich die Zulaufstelle um 1 bis 20 theoretische Trennstufen von der Seitenabzugsstelle unterscheidet.
- 35 19. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 18, dadurch gekennzeichnet, dass die Zulaufstelle und die Seitenabzugsstelle der Trennwandkolonne zur Abtrennung von EDA und PIP hinsichtlich der Lage der theoretischen Trennstufen auf unterschiedlicher Höhe in der Kolonne angeordnet sind, indem sich die Zulaufstelle um 1 bis 20 theoretische Trennstufen von der Seitenabzugsstelle unterscheidet.
- 40 20. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass die Zulaufstelle und die Seitenabzugsstelle der Trennwandkolonne zur Abtrennung von MEOA und DETA hinsichtlich der Lage der theoretischen Trennstufen auf unterschiedlicher Höhe in der Kolonne angeordnet sind, indem sich die Zulaufstelle um 1 bis 20 theoretische Trennstufen von der Seitenabzugsstelle unterscheidet.

18. Verfahren nach einem der Ansprüche 8 bis 17, dadurch gekennzeichnet, dass die Zulaufstelle und die Seitenabzugsstelle der Trennwandkolonne zur Abtrennung von AEEA hinsichtlich der Lage der theoretischen Trennstufen auf unterschiedlicher Höhe in der Kolonne angeordnet sind, indem sich die Zulaufstelle um 1 bis 20 theoretische Trennstufen von der Seitenabzugsstelle unterscheidet.
- 5
19. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass der durch die Trennwand (T) unterteilte Teilbereich der Kolonne (TK) bestehend aus den Teilbereichen 2, 3, 4 und 5 oder Teilen davon mit geordneten Packungen oder Füllkörpern bestückt ist und die Trennwand in diesen Teilbereichen wärmeisolierend ausgeführt ist.
- 10
20. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 19, dadurch gekennzeichnet, dass der durch die Trennwand (T) unterteilte Teilbereich der Kolonne (TK) bestehend aus den Teilbereichen 2, 3, 4 und 5 oder Teilen davon mit Böden bestückt ist und die Trennwand in diesen Teilbereichen wärmeisolierend ausgeführt ist.
- 15
21. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 20, dadurch gekennzeichnet, dass die Mittelsiederfraktion an der Seitenabzugsstelle in flüssiger Form entnommen wird.
- 20
22. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 20, dadurch gekennzeichnet, dass die Mittelsiederfraktion an der Seitenabzugsstelle gasförmig entnommen wird.
- 25
23. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 22, dadurch gekennzeichnet, dass der Brüdenstrom am unteren Ende der Trennwand (T) durch die Wahl und/oder Dimensionierung der Trenneinbauten und/oder den Einbau druckverlusterzeugender Vorrichtungen, beispielsweise von Blenden, so eingestellt wird, dass das Verhältnis des Brüdenstroms im Zulaufteil zu dem des Entnahmeteils 0,8 bis 1,2, beträgt.
- 30
24. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 23, dadurch gekennzeichnet, dass die aus dem oberen gemeinsamen Bereich (1) der Kolonne ablaufende Flüssigkeit in einem in der Kolonne oder außerhalb der Kolonne angeordneten Auffangraum gesammelt und gezielt durch eine Festeinstellung oder Regelung am oberen Ende der Trennwand (T) so aufgeteilt wird, dass das Verhältnis des Flüssigkeitsstroms zum Zulaufteil zu dem zum Entnahmeteil 0,1 bis 1,0 beträgt.
- 35

25. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 24, dadurch gekennzeichnet, dass die Flüssigkeit auf den Zulaufteil (Feed) über eine Pumpe gefördert oder über eine statische Zulaufhöhe von mindestens 1 m mengengeregelt aufgegeben wird und die Regelung so eingestellt wird, dass die auf den Zulaufteil aufgegebene Flüssigkeitsmenge nicht unter 30 % des Normalwertes sinken kann.
- 5
26. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 25, dadurch gekennzeichnet, dass die Aufteilung der aus dem Teilbereich 3 im Entnahmeteil der Kolonne ablaufenden Flüssigkeit auf den Seitenabzug und auf den Teilbereich 5 im Entnahmeteil der Kolonne durch eine Regelung so eingestellt wird, dass die auf den Teilbereich 5 aufgegebene Flüssigkeitsmenge nicht unter 30 % des Normalwertes sinken kann.
- 10
27. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Trennwandkolonne (TK) am oberen und unteren Ende der Trennwand (T) Probenahmemöglichkeiten aufweist und aus der Kolonne kontinuierlich oder in zeitlichen Abständen flüssig oder gasförmig Proben entnommen und hinsichtlich ihrer Zusammensetzung untersucht werden.
- 15
28. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Aufteilungsverhältnis der Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand (T) so eingestellt wird, dass die Konzentration an denjenigen Komponenten der Hochsiederfraktion, für die im Seitenabzug ein bestimmter Grenzwert für die Konzentration erzielt werden soll, in der Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand 5 bis 75 % des Wertes ausmacht, der im Seitenabzugsprodukt erzielt werden soll, und die Flüssigkeitsaufteilung dahingehend eingestellt wird, dass bei höheren Gehalten an Komponenten der Hochsiederfraktion mehr und bei niedrigeren Gehalten an Komponenten der Hochsiederfraktion weniger Flüssigkeit auf den Zulaufteil geleitet wird.
- 20
29. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 28, dadurch gekennzeichnet, dass die Heizleistung im Verdampfer so eingestellt wird, dass die Konzentration an denjenigen Komponenten der Leichtsiederfraktion, für die im Seitenabzug ein bestimmter Grenzwert für die Konzentration erzielt werden soll, am unteren Ende der Trennwand (T) so eingestellt wird, dass die Konzentration an Komponenten der Leichtsiederfraktion in der Flüssigkeit am unteren Ende der Trennwand 10 bis 99 % des Wertes ausmacht, der im Seitenabzugsprodukt erzielt werden soll, und die Heizleistung dahingehend eingestellt wird, dass bei höherem Gehalt an Komponenten der Leichtsiederfraktion die Heizleistung erhöht und bei niedrige-
- 25
- 30
- 35

rem Gehalt an Komponenten der Leichtsiederfraktion die Heizleistung verringert wird.

30. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 29, dadurch gekennzeichnet, dass die Destillatentnahme temperaturgeregelt erfolgt und als Regeltemperatur eine Messstelle im Teilbereich 1 der Kolonne verwendet wird, die um 2 bis 20 theoretische Trennstufen unterhalb des oberen Endes der Kolonne angeordnet ist.
 31. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 30, dadurch gekennzeichnet, dass die Entnahme des Sumpfprodukts temperaturgeregelt erfolgt und als Regeltemperatur eine Messstelle im Teilbereich 6 der Kolonne verwendet wird, die um 2 bis 20, theoretische Trennstufen oberhalb des unteren Endes der Kolonne angeordnet ist.
 32. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 31, dadurch gekennzeichnet, dass die Entnahme des Seitenprodukts im Seitenabzug standgeregelt erfolgt und als Regelgröße der Flüssigkeitsstand im Verdampfer verwendet wird.
 33. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass anstelle einer Trennwandkolonne eine Zusammenschaltung von zwei Destillationskolonnen in Form einer thermischen Kopplung verwendet wird.
 34. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch, dadurch gekennzeichnet, dass beide thermisch gekoppelten Destillationskolonnen jeweils mit einem eigenen Verdampfer und Kondensator ausgestattet sind.
 35. Verfahren nach einem der beiden vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die beiden thermisch gekoppelten Kolonnen bei verschiedenen Drücken betrieben werden und in den Verbindungsströmen zwischen den beiden Kolonnen nur Flüssigkeiten gefördert werden.
 36. Verfahren nach einem der drei vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Sumpfstrom der ersten Kolonne in einem zusätzlichen Verdampfer teilweise oder vollständig verdampft wird und anschließend der zweiten Kolonne zweiphasig oder in Form eines gasförmigen und eines flüssigen Stromes zugeführt wird.
 37. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Zulaufstrom zur Kolonne (Feed) teilweise oder vollständig vorverdampft

wird und der Kolonne zweiphasig oder in Form eines gasförmigen und eines flüssigen Stromes zugeführt wird.

- 5 38. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Trennwand nicht in die Kolonne eingeschweißt ist, sondern in Form von lose gesteckten und adäquat abgedichteten Teilsegmenten gestaltet ist.
- 10 39. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch, dadurch gekennzeichnet, dass die lose Trennwand interne Mannlöcher oder herausnehmbare Segmente besitzt, die es erlauben, innerhalb der Kolonne von einer Seite der Trennwand auf die andere Seite zu gelangen.
- 15 40. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 39, dadurch gekennzeichnet, dass die Flüssigkeitsverteilung in den einzelnen Teilbereichen der Kolonne (TK) gezielt ungleichmäßig eingestellt werden kann.
- 20 41. Verfahren nach dem vorhergehenden Anspruch, dadurch gekennzeichnet, dass in den Teilbereichen 2 und 5 die Flüssigkeit verstärkt im Wandbereich aufgegeben wird und in den Teilbereichen 3 und 4 die Flüssigkeit reduziert im Wandbereich aufgegeben wird.

Verfahren zur destillativen Auftrennung von Gemischen enthaltend Ethylenamine

Beschreibung

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur destillativen Auftrennung von Gemischen enthaltend Ethylenamine.

Für die destillative, z.B. kontinuierliche Zerlegung von Mehrstoffgemischen sind verschiedene Verfahrensvarianten gebräuchlich. Im einfachsten Fall wird das
10 aufzutrennende Gemisch (Zulaufgemisch) in zwei Fraktionen, eine leichtsiedende Kopffraktion und eine schwiersiedende Sumpffraktion, zerlegt.

- Bei der Auftrennung von Zulaufgemischen in mehr als zwei Fraktionen müssen nach dieser Verfahrensvariante mehrere Destillationskolonnen eingesetzt werden. Um den
15 apparativen Aufwand zu begrenzen, setzt man bei der Auftrennung von Vielstoffgemischen nach Möglichkeit Kolonnen mit flüssigen oder dampfförmigen Seitenabzügen ein.

- Die Anwendungsmöglichkeit von Destillationskolonnen mit Seitenabzügen ist jedoch
20 dadurch stark eingeschränkt, dass die an den Seitenabzugsstellen entnommenen Produkte selten oder nie völlig rein sind. Bei Seitenentnahmen im Verstärkungsteil der Kolonne, die üblicherweise in flüssiger Form erfolgen, enthält das Seitenprodukt noch Anteile an leichtsiedenden Komponenten, die über Kopf abgetrennt werden sollen.
Anteile an leichtsiedenden Komponenten, die über Kopf abgetrennt werden sollen.
25 Entsprechendes gilt für Seitenentnahmen im Abtriebsteil der Kolonne, die meist dampfförmig erfolgen, bei denen das Seitenprodukt noch Hochsiederanteile aufweist.

Die Verwendung von konventionellen Seitenabzugskolonnen ist daher auf Fälle begrenzt, in denen verunreinigte Seitenprodukte zulässig sind.

- 30 Eine Abhilfemöglichkeit bieten Trennwandkolonnen (siehe z.B. Abbildung 1). Dieser Kolonntyp ist beispielsweise beschrieben in:
US 2,471,134, US 4,230, 533, EP-A-122 367, EP-A-126 288, EP-A-133 510,
Chem. Eng. Technol. 10, (1987), Seiten 92 – 98,
Chem.-Ing.-Tech. 61, (1989), Nr. 1, Seiten 16 – 25,
35 Gas Separation and Purification 4 (1990), Seiten 109 – 114,
Process Engineering 2 (1993), Seiten 33 – 34,
Trans IChemE 72 (1994), Part A, Seiten 639 – 644, und
Chemical Engineering 7 (1997), 72 – 76.
- 40 Bei dieser Bauart ist es möglich, Seitenprodukte ebenfalls in reiner Form zu entnehmen. Im mittleren Bereich oberhalb und unterhalb der Zulaufstelle und der

Seitenentnahme ist eine Trennwand angebracht, die den Zulaufteil gegenüber dem Entnahmeteil abdichtet und in diesem Kolonnenteil eine Quervermischung von Flüssigkeits- und Brüdenströmen unterbindet. Hierdurch verringert sich bei der Auftrennung von Vielstoffgemischen die Zahl der insgesamt benötigten

5 Destillationskolonnen.

Da dieser Kolonnentyp eine apparative Vereinfachung von thermisch gekoppelten Destillationskolonnen darstellt, weist er darüber hinaus auch einen besonders niedrigen Energieverbrauch auf. Eine Beschreibung von thermisch gekoppelten 10 Destillationskolonnen, die in verschiedener apparativer Gestaltung ausgeführt sein können, findet sich ebenfalls in den oben genannten Stellen in der Fachliteratur.

Trennwandkolonnen und thermisch gekoppelte Destillationskolonnen bieten gegenüber der Anordnung von konventionellen Destillationskolonnen sowohl hinsichtlich des Energiebedarfs als auch der Investitionskosten Vorteile und werden daher zunehmend 15 industriell eingesetzt.

Für die Regelung von Trennwandkolonnen und thermisch gekoppelten Kolonnen werden verschiedene Regelungsstrategien beschrieben. Beschreibungen finden sich 20 in:
US 4,230,533, DE-C2-35 22 234, EP-A-780 147,
Process Engineering 2 (1993), 33 – 34, und
Ind. Eng. Chem. Res. 34 (1995), 2094 – 2103.

25 Die ältere deutsche Patentanmeldung Nr. 10335991.5 vom 01.08.03 betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Ethylenaminen durch Umsetzung von Monoethanolamin (MEOA) mit Ammoniak in Gegenwart eines Katalysators und Auf trennung des resultierenden Reaktionsaustrags in Destillationskolonnen.

30 Der vorliegenden Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, ein verbessertes wirtschaftliches Verfahren zur Auf trennung von Gemischen enthaltend Ethylenamine aufzufinden. Die einzelnen Ethylenamine, insbesondere Ethylendiamin (EDA), Piperazin (PIP), Diethylentriamin (DETA) und Aminoethylethanolamin (AEEA), sollten dabei in hoher Reinheit und Qualität (z.B. Farbqualität) anfallen.

35 Demgemäß wurde ein Verfahren zur destillativen Auf trennung von Gemischen enthaltend Ethylenamine gefunden, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass die Auf trennung in einer oder mehreren Trennwandkolonnen durchgeführt wird.

Bei den aufzutrennenden Ethylenaminen handelt es sich insbesondere um EDA, PIP, DETA, AEEA und/oder Monoethanolamin (MEOA).

Bei dem Gemisch enthaltend Ethylenamine handelt es sich bevorzugt um ein Produkt,
5 welches durch Umsetzung von MEOA mit Ammoniak und nachfolgender teilweiser
oder vollständiger Abtrennung von Ammoniak und Wasser erhalten wird.

Z.B. können EDA, DETA, PIP und AEEA mit den in US 2,861,995 (Dow), DE-A-1 172
268 (BASF) und US 3,112,318 (Union Carbide), (vgl. Ullmann's Encyclopedia of
10 Industrial Chemistry, 6th Edition, 2000 Electronic Release, Chapter 8.1.1: 1,2-Diaminoethane), beschriebenen Verfahren aus MEOA und Ammoniak hergestellt
werden, wobei Ammoniak z.B. im ein- bis zwanzigfachen molaren Überschuss
eingesetzt wird und MEOA zu z.B. 40 bis 60 % umgesetzt wird. Das Austragsgemisch
dieser Umsetzungen, bestehend überwiegend aus Ammoniak, Wasser, MEOA, EDA,
15 DETA, PIP, AEEA und höher siedenden Ethylenaminen und Ethylenaminoalkoholen,
wird zunächst entspannt und ausgegast und anschließend werden Ammoniak und
Wasser destillativ abgetrennt. Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich
insbesondere zur weiteren kontinuierlichen Aufarbeitung des nach der Entwässerung
verbleibenden Gemisches aus EDA, PIP, (unumgesetzten) MEOA, DETA, AEEA und
20 weiteren höhersiedenden Nebenprodukten.

Eine typische, im erfindungsgemäßen Verfahren anzuwendende Trennwandkolonne
(TK) (siehe Abbildung 1) weist jeweils eine Trennwand (T) in Kolonnenlängsrichtung
unter Ausbildung eines oberen gemeinsamen Kolonnenbereichs (1), einen unteren
25 gemeinsamen Kolonnenbereichs (6), eines Zulaufteils (2, 4) mit Verstärkungsteil (2)
und Abtriebsteil (4), sowie eines Entnahmesteils (3, 5) mit Verstärkungsteil (3) und
Abtriebsteil (5) auf, wobei die Zuführung des aufzutrennenden Gemisches (Feed) im
mittleren Bereich des Zulaufteils (2, 4), die Abführung der Hochsiederfraktion über
Sumpf (Sumpfabzug C), die Abführung der Leichtsiederfraktion über Kopf (Kopfabzug
30 A) und die Abführung der Mittelsiederfraktion aus dem mittleren Bereich des
Entnahmesteils (3, 5) (Seitenabzug B) erfolgt.

Die Trennwandkolonne/n des erfindungsgemäßen Verfahrens weist / weisen jeweils
bevorzugt 30 bis 100, insbesondere 50 bis 90, theoretische Trennstufen auf.

35 Das Gemisch enthaltend Ethylenamine wird bevorzugt in einer Trennwandkolonne
aufgearbeitet, in der EDA, insbesondere EDA mit einer Reinheit > 99,0 Gew.-%, als
Kopfprodukt und PIP, insbesondere PIP mit einer Reinheit > 99,0 Gew.-%, als
Seitenabzugsstrom gewonnen wird, wobei der Betriebsdruck im Allgemeinen bei 0,1
40 bis 5 bar, bevorzugt bei 0,3 bis 2 bar, besonders bevorzugt 0,7 bis 1,6 bar, beträgt.

Unter ‚Betriebsdruck‘ ist in diesem Dokument der am Kopf der Kolonne gemessene absolute Druck zu verstehen.

- 5 Bevorzugt wird nach der Abtrennung von EDA und PIP in einer Trennwandkolonne weiter aufgearbeitet, in der MEOA als Kopfprodukt gewonnen wird und DETA, insbesondere DETA mit einer Reinheit > 99,0 Gew.-%, als Seitenabzugsstrom gewonnen wird, wobei der Betriebsdruck im Allgemeinen bei 0,01 bis 2,5 bar, bevorzugt 0,01 bis 0,70 bar, insbesondere 0,05 bis 0,25 bar, beträgt.
- 10 Nach der Abtrennung von EDA, PIP, MEOA und DETA wird bevorzugt in einer Trennwandkolonne weiter aufgearbeitet, in der AEEA, insbesondere AEEA mit einer Reinheit > 99,0 Gew.-%, als Seitenabzugsstrom gewonnen wird, wobei der Betriebsdruck im Allgemeinen bei 0,001 bis 1,0 bar, bevorzugt 0,001 bis 0,05 bar, insbesondere 0,005 bis 0,025 bar, beträgt.
- 15

- Die Trennwandkolonnen werden insbesondere so verschaltet, dass das Rohgemisch aus der Synthese von Ethylenaminen nach der teilweisen oder vollständigen Abtrennung von Ammoniak und Wasser der ersten Trennwandkolonne zugeführt wird,
- 20 in der reines EDA als Kopfprodukt und reines PIP als Seitenabzugsstrom gewonnen wird, und dass der Sumpfstrom dieser Kolonne in der zweiten Trennwandkolonne weiter aufgearbeitet wird, in der MEOA als Kopfprodukt und reines DETA als Seitenabzugsstrom gewonnen wird, und der Sumpfstrom der zweiten Trennwandkolonne einer dritten Trennwandkolonne zugeführt wird, in welcher reines
- 25 AEEA als Seitenabzugsstrom gewonnen wird.

- Das Sumpfprodukt der Trennwandkolonne zur Gewinnung von AEEA wird bevorzugt in einer oder mehreren weiteren konventionellen Destillationskolonnen zur Aufkonzentrierung und Reinigung weiterer, höher siedender Ethylenamine und/oder Ethylenaminoalkohole weiter aufgearbeitet.
- 30

- Höher siedende Ethylenamine und/oder Ethylenaminoalkohole sind hier solche Amine, die (bei gleichem Druck) einen höheren Siedepunkt als AEEA aufweisen.
- 35 In einer alternativen Verfahrensweise wird der Sumpfstrom der oben aufgeführten Trennwandkolonne zur Abtrennung von EDA und PIP in weiteren konventionellen Destillationskolonnen weiter aufgearbeitet, wobei zuerst MEOA in einer Destillationskolonne als Kopfprodukt gewonnen wird und aus dem Sumpfstrom dieser Kolonne in der nächsten Kolonne DETA, insbesondere DETA mit einer Reinheit > 99,0 Gew.-%, als Kopfprodukt gewonnen wird, und der Sumpfstrom dieser Kolonne
- 40

- 5 (a) einer oder mehreren weiteren konventionellen Kolonnen zugeführt wird, um AEEA, insbesondere AEEA mit einer Reinheit > 99,0 Gew.-%, zu gewinnen, oder
(b) einer Trennwandkolonne zugeführt wird, in der AEEA, insbesondere AEEA mit einer Reinheit > 99,0 Gew.-%, als Seitenabzugsstrom gewonnen wird.

In einer weiteren alternativen Verfahrensweise wird das Gemisch enthaltend Ethylenamine einer konventionellen Destillationskolonne zugeführt, in der ein EDA/PIP-Gemisch als Kopfprodukt gewonnen wird, und in einer weiteren konventionellen Kolonne in EDA, insbesondere EDA mit einer Reinheit > 99,0 Gew.-%, und PIP, insbesondere PIP mit einer Reinheit > 99,0 Gew.-%, aufgetrennt, und der Sumpfstrom dieser Kolonne in einer Trennwandkolonne weiter aufgearbeitet, so dass MEOA als Kopfprodukt gewonnen wird und DETA, insbesondere DETA mit einer Reinheit > 99,0 Gew.-%, als Seitenabzugsstrom anfällt, und der Sumpfstrom dieser Trennwandkolonne

- (a) einer oder mehreren konventionellen Destillationskolonnen zugeführt wird, um AEEA, insbesondere AEEA mit einer Reinheit > 99,0 Gew.-%, zu gewinnen, oder

20 (b) einer weiteren Trennwandkolonne zugeführt wird, in der AEEA, insbesondere AEEA mit einer Reinheit > 99,0 Gew.-%, als Seitenabzugsstrom gewonnen wird.

Insbesondere weist im erfundungsgemäßen Verfahren der obere gemeinsame Kolonnenbereich (1) der Trennwandkolonne (TK) zur Abtrennung von EDA und PIP 5 bis 50 %, bevorzugt 20 bis 35 %, der Verstärkungsteil (2) des Zulaufteils (2, 4) der Kolonne 5 bis 50 %, bevorzugt 10 bis 20 %, der Abtriebsteil (4) des Zulaufteils der Kolonne 5 bis 50 %, bevorzugt 20 bis 35 %, der Verstärkungsteil (3) des Entnahmeteils (3, 5) der Kolonne 5 bis 50 %, bevorzugt 7 bis 20 %, der Abtriebsteil (5) des Entnahmeteils der Kolonne 5 bis 50 %, bevorzugt 20 bis 35 %, und der gemeinsame untere Bereich (6) der Kolonne 5 bis 50 %, bevorzugt 20 bis 35 %, der Gesamtzahl der theoretischen Trennstufen der Kolonne auf.

35 Insbesondere weist im erfindungsgemäßen Verfahren der obere gemeinsame Kolonnenbereich (1) der Trennwandkolonne (TK) zur Abtrennung von MEOA und DETA 5 bis 50 %, bevorzugt 5 bis 15 %, der Verstärkungsteil (2) des Zulaufteils (2, 4) der Kolonne 5 bis 50 %, bevorzugt 25 bis 40 %, der Abtriebsteil (4) des Zulaufteils der Kolonne 5 bis 50 %, bevorzugt 20 bis 35 %, der Verstärkungsteil (3) des Entnahmesteils (3, 5) der Kolonne 5 bis 50 %, bevorzugt 15 bis 25 %, der Abtriebsteil (5) des Entnahmesteils der Kolonne 5 bis 50 %, bevorzugt 40 bis 55 %, und der gemeinsame

untere Bereich (6) der Kolonne 5 bis 50 %, bevorzugt 15 bis 25 %, der Gesamtzahl der theoretischen Trennstufen der Kolonne auf.

- Insbesondere weist im erfindungsgemäßen Verfahren der obere gemeinsame
5 Kolonnenbereich (1) der Trennwandkolonne (TK) zur Abtrennung von AEEA 5 bis
50 %, bevorzugt 5 bis 30 %, der Verstärkungsteil (2) des Zulaufteils (2, 4) der Kolonne
5 bis 50 %, bevorzugt 15 bis 35 %, der Abtriebsteil (4) des Zulaufteils der Kolonne 5 bis
50 %, bevorzugt 15 bis 35 %, der Verstärkungsteil (3) des Entnahmeteils (3, 5) der
Kolonne 5 bis 50 %, bevorzugt 15 bis 35 %, der Abtriebsteil (5) des Entnahmeteils der
10 Kolonne 5 bis 50 %, bevorzugt 15 bis 35 %, und der gemeinsame untere Bereich (6)
der Kolonne 5 bis 50 %, bevorzugt 10 bis 25 %, der Gesamtzahl der theoretischen
Trennstufen der Kolonne auf.

- 15 Insbesondere beträgt in der Trennwandkolonne (TK) die Summe der Zahl der
theoretischen Trennstufen der Teilbereiche (2) und (4) im Zulaufteil 80 bis 110 %,
bevorzugt 90 bis 100 %, der Summe der Zahl der Trennstufen der Teilbereiche (3) und
(5) im Entnahmeteil.

- 20 Das erfindungsgemäße Verfahren ist bevorzugt dadurch gekennzeichnet, dass die
Zulaufstelle und die Seitenabzugsstelle der Trennwandkolonne zur Abtrennung von
EDA und PIP hinsichtlich der Lage der theoretischen Trennstufen auf unterschiedlicher
Höhe in der Kolonne angeordnet sind, indem sich die Zulaufstelle um 1 bis 10,
insbesondere 1 bis 5, theoretische Trennstufen von der Seitenabzugsstelle
unterscheidet.

- 25 Das erfindungsgemäße Verfahren ist bevorzugt dadurch gekennzeichnet, dass die
Zulaufstelle und die Seitenabzugsstelle der Trennwandkolonne zur Abtrennung von
MEOA und DETA hinsichtlich der Lage der theoretischen Trennstufen auf
unterschiedlicher Höhe in der Kolonne angeordnet sind, indem sich die Zulaufstelle um
1 bis 20, insbesondere 5 bis 15, theoretische Trennstufen von der Seitenabzugsstelle
unterscheidet.

- 35 Das erfindungsgemäße Verfahren ist bevorzugt dadurch gekennzeichnet, dass die
Zulaufstelle und die Seitenabzugsstelle der Trennwandkolonne zur Abtrennung von
AEEA hinsichtlich der Lage der theoretischen Trennstufen auf unterschiedlicher Höhe
in der Kolonne angeordnet sind, indem sich die Zulaufstelle um 1 bis 20, insbesondere
5 bis 15, theoretische Trennstufen von der Seitenabzugsstelle unterscheidet.

- 40 Falls besonders hohe Anforderungen an die Reinheiten der Produkte gestellt werden,
ist es günstig, die Trennwand mit einer thermischen Isolierung auszustatten. Eine

Beschreibung der verschiedenen Möglichkeiten der thermischen Isolierung der Trennwand findet sich in EP-A-640 367. Eine doppelwandige Ausführung mit einem zwischenliegenden engen Gasraum ist besonders günstig.

- 5 Bevorzugt ist der durch die Trennwand (T) unterteilte Teilbereich der Kolonne (TK) bestehend aus den Teilbereichen 2, 3, 4 und 5 oder Teilen davon mit geordneten Packungen oder Füllkörpern bestückt und die Trennwand in diesen Teilbereichen wärmeisolierend ausgeführt.
- 10 Bevorzugt ist alternativ der durch die Trennwand (T) unterteilte Teilbereich der Kolonne (TK) bestehend aus den Teilbereichen 2, 3, 4 und 5 oder Teilen davon mit Böden bestückt und die Trennwand in diesen Teilbereichen wärmeisolierend ausgeführt.

- 15 Im erfindungsgemäßen Verfahren wird die Mittelsiederfraktion an der Seitenabzugsstelle in flüssiger Form oder gasförmig entnommen.

- 20 Bevorzugt wird der Brüdenstrom am unteren Ende der Trennwand (T) durch die Wahl und/oder Dimensionierung der Trenneinbauten und/oder den Einbau druckverlusterzeugender Vorrichtungen, beispielsweise von Blenden, so eingestellt, dass das Verhältnis des Brüdenstroms im Zulaufteil zu dem des Entnahmeteils 0,8 bis 1,2, insbesondere 0,9 bis 1,1, beträgt.

- 25 Die in diesem Dokument genannten Verhältnisse bezüglich bestimmter Ströme (z.B. Flüssigkeitsströme, Brüdenströme, Sumpfströme, Zulaufströme, Seitenabzugsströme) beziehen sich auf das Gewicht.

- 30 Bevorzugt wird die aus dem oberen gemeinsamen Bereich (1) der Kolonne ablaufende Flüssigkeit in einem in der Kolonne oder außerhalb der Kolonne angeordneten Auffangraum gesammelt und gezielt durch eine Festinstellung oder Regelung am oberen Ende der Trennwand (T) so aufgeteilt, dass das Verhältnis des Flüssigkeitsstroms zum Zulaufteil zu dem zum Entnahmeteil 0,1 bis 1,0, insbesondere 0,25 bis 0,8, beträgt.

- 35 Im erfindungsgemäßen Verfahren wird bevorzugt die Flüssigkeit auf den Zulaufteil (Feed) über eine Pumpe gefördert oder über eine statische Zulaufhöhe von mindestens 1 m mengengeregt aufgegeben und die Regelung so eingestellt, dass die auf den Zulaufteil aufgegebene Flüssigkeitsmenge nicht unter 30 % des Normalwertes sinken kann.

Im erfindungsgemäßen Verfahren wird bevorzugt die Aufteilung der aus dem Teilbereich 3 im Entnahmeteil der Kolonne ablaufenden Flüssigkeit auf den Seitenabzug und auf den Teilbereich 5 im Entnahmeteil der Kolonne durch eine Regelung so eingestellt, dass die auf den Teilbereich 5 aufgegebene Flüssigkeitsmenge nicht unter

- 5 30 % des Normalwertes sinken kann.

Bevorzugt ist weiterhin, dass die Trennwandkolonne (TK) am oberen und unteren Ende der Trennwand (T) Probenahmemöglichkeiten aufweist und aus der Kolonne kontinuierlich oder in zeitlichen Abständen flüssig oder gasförmig Proben entnommen

- 10 und hinsichtlich ihrer Zusammensetzung untersucht werden.

Im erfindungsgemäßen Verfahren wird bevorzugt das Aufteilungsverhältnis der Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand (T) so eingestellt, dass die Konzentration an denjenigen Komponenten der Hochsiederfraktion, für die im Seitenabzug ein bestimmter Grenzwert für die Konzentration erzielt werden soll, in der Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand 5 bis 75 %, insbesondere 5 bis 40 %, des Wertes ausmacht, der im Seitenabzugsprodukt erzielt werden soll, und die

Flüssigkeitsaufteilung dahingehend eingestellt, dass bei höheren Gehalten an Komponenten der Hochsiederfraktion mehr und bei niedrigeren Gehalten an

- 20 Komponenten der Hochsiederfraktion weniger Flüssigkeit auf den Zulaufteil geleitet wird.

Im erfindungsgemäßen Verfahren wird bevorzugt die Heizleistung im Verdampfer so eingestellt, dass die Konzentration an denjenigen Komponenten der

- 25 Leichtsiederfraktion, für die im Seitenabzug ein bestimmter Grenzwert für die Konzentration erzielt werden soll, am unteren Ende der Trennwand (T) so eingestellt wird, dass die Konzentration an Komponenten der Leichtsiederfraktion in der Flüssigkeit am unteren Ende der Trennwand 10 bis 99 %, bevorzugt 25 bis 97,5 %, des Wertes ausmacht, der im Seitenabzugsprodukt erzielt werden soll, und die Heizleistung dahingehend eingestellt, dass bei höherem Gehalt an Komponenten der Leichtsiederfraktion die Heizleistung erhöht und bei niedrigerem Gehalt an Komponenten der Leichtsiederfraktion die Heizleistung verringert wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist bevorzugt dadurch gekennzeichnet, dass die

- 35 Destillatentnahme temperaturgeregelt erfolgt und als Regeltemperatur eine Messstelle im Teilbereich 1 der Kolonne verwendet wird, die um 2 bis 20, insbesondere 4 bis 15, theoretische Trennstufen unterhalb des oberen Endes der Kolonne angeordnet ist.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist bevorzugt dadurch gekennzeichnet, dass die

- 40 Entnahme des Sumpfprodukts temperaturgeregelt erfolgt und als Regeltemperatur eine

Messstelle im Teilbereich 6 der Kolonne verwendet wird, die um 2 bis 20, insbesondere 4 bis 15, theoretische Trennstufen oberhalb des unteren Endes der Kolonne angeordnet ist.

- 5 In einer weiteren besonderen Ausgestaltung erfolgt die Entnahme des Seitenprodukts im Seitenabzug standgeregelt und als Regelgröße wird der Flüssigkeitsstand im Verdampfer verwendet.

10 Eine weitere erfindungsgemäße Variation des Verfahrens zur destillativen Aufarbeitung von Ethylenaminen besteht darin, dass anstelle einer der genannten Trennwandkolonnen eine Zusammenschaltung von zwei Destillationskolonnen in Form einer thermischen Kopplung verwendet wird.

15 Bevorzugt sind beide thermisch gekoppelten Destillationskolonnen jeweils mit einem eigenen Verdampfer und Kondensator ausgestattet.

Weiterhin werden bevorzugt die beiden thermisch gekoppelten Kolonnen bei verschiedenen Drücken betrieben und in den Verbindungsströmen zwischen den beiden Kolonnen nur Flüssigkeiten gefördert.

20 Bevorzugt bei der Zusammenschaltung von zwei Destillationskolonnen der Sumpfstrom der ersten Kolonne in einem zusätzlichen Verdampfer teilweise oder vollständig verdampft wird und anschließend der zweiten Kolonne zweiphasig oder in Form eines gasförmigen und eines flüssigen Stromes zugeführt wird.

25 Insbesondere wird der Zulaufstrom (Feed) zur Kolonne (TK oder Destillationskolonne ohne T) teilweise oder vollständig vorverdampft und der Kolonne zweiphasig oder in Form eines gasförmigen und eines flüssigen Stromes zugeführt.

30 Bevorzugt ist, dass die Trennwand nicht in die Kolonne eingeschweißt ist, sondern in Form von lose gesteckten und adäquat abgedichteten Teilelementen gestaltet ist.

35 Die vorgenannte lose Trennwand besitzt bevorzugt interne Mannlöcher oder herausnehmbare Segmente, die es erlauben, innerhalb der Kolonne von einer Seite der Trennwand auf die andere Seite zu gelangen.

Bevorzugt ist, dass die Flüssigkeitsverteilung in den einzelnen Teilbereichen der Kolonne (TK) gezielt ungleichmäßig eingestellt werden kann.

Bevorzugt wird in den Teilbereichen 2 und 5 die Flüssigkeit verstärkt im Wandbereich aufgegeben und in den Teilbereichen 3 und 4 die Flüssigkeit reduziert im Wandbereich aufgegeben.

- 5 Trennwandkolonnen können, wie bereits erwähnt, im erfindungsgemäßen Verfahren auch durch jeweils zwei thermisch gekoppelte Kolonnen ersetzt werden. Dies ist vor allem dann günstig, wenn die Kolonnen schon vorhanden sind oder die Kolonnen bei verschiedenen Drücken betrieben werden sollen. Bei thermisch gekoppelten Kolonnen kann es von Vorteil sein, den Sumpfstrom der ersten Kolonne in einem zusätzlichen Verdampfer teilweise oder vollständig zu verdampfen und danach der zweiten Kolonne zuzuführen. Diese Vorverdampfung bietet sich insbesondere dann an, wenn der Sumpfstrom der ersten Kolonne größere Mengen an Mittelsieder enthält. In diesem Fall kann die Vorverdampfung auf einem niedrigeren Temperaturniveau erfolgen und der Verdampfer der zweiten Kolonne entlastet werden. Weiterhin wird durch diese Maßnahme der Abtriebsteil der zweiten Kolonne wesentlich entlastet. Der vorverdampfte Strom kann dabei der zweiten Kolonne zweiphasig oder in Form von zwei separaten Strömen zugeführt werden.
- 15 Darüber hinaus kann es sowohl bei Trennwandkolonnen als auch bei thermisch gekoppelten Kolonnen von Vorteil sein, den Zulaufstrom einer Vorverdampfung zu unterziehen und anschließend zweiphasig oder in Form von zwei Strömen der Kolonne zuzuführen. Diese Vorverdampfung bietet sich besonders dann an, wenn der Zulaufstrom größere Mengen an Leichtsiedern enthält. Durch die Vorverdampfung kann der Abtriebsteil der Kolonne wesentlich entlastet werden.
- 20 25 Trennwandkolonnen und thermisch gekoppelte Kolonnen können sowohl als Packungskolonnen mit Füllkörpern oder geordneten Packungen oder als Bodenkolonnen ausgeführt werden.
- 30 Bei der genannten Reindestillation von DETA und Rückgewinnung von MEOA, die bevorzugt im Vakuum betrieben wird, empfiehlt es sich, Packungskolonnen einzusetzen. Dabei sind geordnete Blechpackungen mit einer spezifischen Oberfläche von 100 bis 500 m²/m³, bevorzugt etwa 250 bis 350 m²/m³, besonders geeignet.
- 35 Bei der Reindestillation von EDA und PIP, die bevorzugt bei Drücken leicht oberhalb des atmosphärischen Drucks betrieben wird, damit die Temperatur in allen Bereichen der Kolonne über der Schmelztemperatur von PIP liegt, können sowohl Böden als auch Packungen eingesetzt werden. Als Böden eignen sich besonders Ventilböden. Im Falle von Packungen sind geordnete Blechpackungen mit einer spezifischen Oberfläche von 100 bis 500 m²/m³, bevorzugt etwa 250 bis 350 m²/m³, besonders geeignet.
- 40

Die Reindestillation von AEEA wird bevorzugt im Vakuum durchgeführt, daher empfiehlt sich auch hier der Einsatz von Packungen als trennwirksame Einbauten.

Dabei sind geordnete Blechpackungen mit einer spezifischen Oberfläche von 100 bis

5 500 m²/m³, bevorzugt etwa 250 bis 350 m²/m³, besonders geeignet.

Bei der Trennung von Mehrstoffgemischen in eine Leichtsieder-, Mittelsieder- und Hochsiederfraktion existieren üblicherweise Spezifikationen über den maximal zulässigen Anteil an Leichtsiedern und Hochsiedern in der Mittelsiederfraktion. Hierbei werden entweder einzelne für das Trennproblem kritische Komponenten, sogenannte Schlüsselkomponenten, oder die Summe von mehreren Schlüsselkomponenten spezifiziert.

10 Die Einhaltung der Spezifikation für die Hochsieder in der Mittelsiederfraktion wird über das Aufteilungsverhältnis der Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand geregelt.

15 Dabei wird das Aufteilungsverhältnis der Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand so eingestellt, dass die Konzentration der Schlüsselkomponenten für die Hochsiederfraktion in der Flüssigkeit am oberen Ende der Trennwand 10 bis 80 %, bevorzugt 30 bis 50 %, des Wertes ausmacht, der im Seitenabzugsprodukt erzielt wird, und die Flüssigkeitsaufteilung dahingehend eingestellt wird, dass bei höheren Gehalten an Schlüsselkomponenten der Hochsiederfraktion mehr und bei niedrigeren Gehalten an Schlüsselkomponenten der Hochsiederfraktion weniger Flüssigkeit auf den Zulaufteil geleitet wird.

20 25 Entsprechend wird die Spezifikation für die Leichtsieder in der Mittelsiederfraktion durch die Heizleistung geregelt. Hierbei wird die Heizleistung im Verdampfer so eingestellt, dass die Konzentration an Schlüsselkomponenten der Leichtsiederfraktion in der Flüssigkeit am unteren Ende der Trennwand 10 bis 80 %, bevorzugt 30 bis 50 %, des Wertes ausmacht, der im Seitenabzugsprodukt erzielt werden soll, und die Heizleistung dahingehend eingestellt wird, dass bei höherem Gehalt an

30 Schlüsselkomponenten der Leichtsiederfraktion die Heizleistung erhöht und bei niedrigerem Gehalt an Schlüsselkomponenten der Leichtsiederfraktion die Heizleistung verringert wird.

35 Zur Kompensation von Störungen der Zulaufmenge oder der Zulaufkonzentration erwies es sich zudem als vorteilhaft, durch entsprechende Regelvorschriften im Prozessleitsystem sicherzustellen, dass die Mengenströme der Flüssigkeiten, die auf die Kolonnenteile 2 und 5 (vgl. Abbildung 1) aufgegeben werden, nie unter 30 % ihres Normalwertes sinken können.

12

Zur Entnahme und Aufteilung der Flüssigkeiten am oberen Ende der Trennwand und an der Seitenentnahmestelle eignen sich sowohl innenliegende als auch außerhalb der Kolonne angeordnete Auffangräume für die Flüssigkeit, die die Funktion einer Pumpenvorlage übernehmen oder für eine ausreichend hohe statische

- 5 Flüssigkeitshöhe sorgen, die eine durch Stellorgane, beispielsweise Ventile, geregelte Flüssigkeitsweiterleitung ermöglichen. Bei der Verwendung von gepackten Kolonnen wird die Flüssigkeit zunächst in Sammlern gefasst und von dort aus in einen innenliegenden oder außenliegenden Auffangraum geleitet.

- 10 Anstelle einer Trennwandkolonne - die bei einem Neubau hinsichtlich der Investitionskosten zu bevorzugen ist - ist es auch möglich, zwei Destillationskolonnen nach Art einer thermischen Kopplung so zu verschalten, dass sie hinsichtlich des Energiebedarfs einer Trennwandkolonne entsprechen.

- 15 Sie können bei Verfügbarkeit von bestehenden Kolonnen eine sinnvolle Alternative zu Trennwandkolonnen sein. Je nach der Trennstufenzahl der vorhandenen Kolonnen können die geeignetsten Formen der Zusammenschaltung ausgewählt werden. Es ist möglich, Schaltungsformen auszuwählen, die es erlauben, dass nur flüssige Verbindungsströme zwischen den einzelnen Destillationskolonnen auftreten. Diese
20 speziellen Verschaltungen bieten den Vorteil, dass die beiden Destillationskolonnen unter verschiedenen Drücken betrieben werden können mit dem Vorteil, dass sie sich besser an die Temperaturniveaus vorhandener Heiz- und Kühlenergien anpassen lassen. Im allgemeinen wird man die Kolonne, an der die Leichtsiederfraktion entnommen wird im Druck um etwa 0,5 bis 1,0 bar höher wählen als die Kolonne, an
25 der die Schwersiederfraktion entnommen wird.

Beispiel

- 30 Abbildung 2 zeigt als Beispiel die Auftrennung eines Ethylenamin-Synthesegemisches, nach vorheriger Abtrennung von Ammoniak und Wasser, in Ethylendiamin-Reinprodukt (EDA), Piperazin-Reinprodukt (PIP) und eine Hochsiederfraktion. Die Hochsiederfraktion wird in einer weiteren Trennwandkolonne in Monoethanolamin (MEOA), Diethyltriamin-Reinprodukt (DETA) und eine Hochsiederfraktion aufgetrennt. Last but not least wird aus der am Sumpf der zweiten Trennwandkolonne
35 anfallenden Hochsiederfraktion in einer dritten Trennwandkolonne Aminoethylethanolamin-Reinprodukt (AEEA) und eine weitere Schwersiederfraktion gewonnen. Eventuell vorhandene und im AEEA unerwünschte Leichtsieder werden über Kopf der Kolonne abgezogen.

Abbildung 1

Schematische Darstellung einer Trennwandkolonne

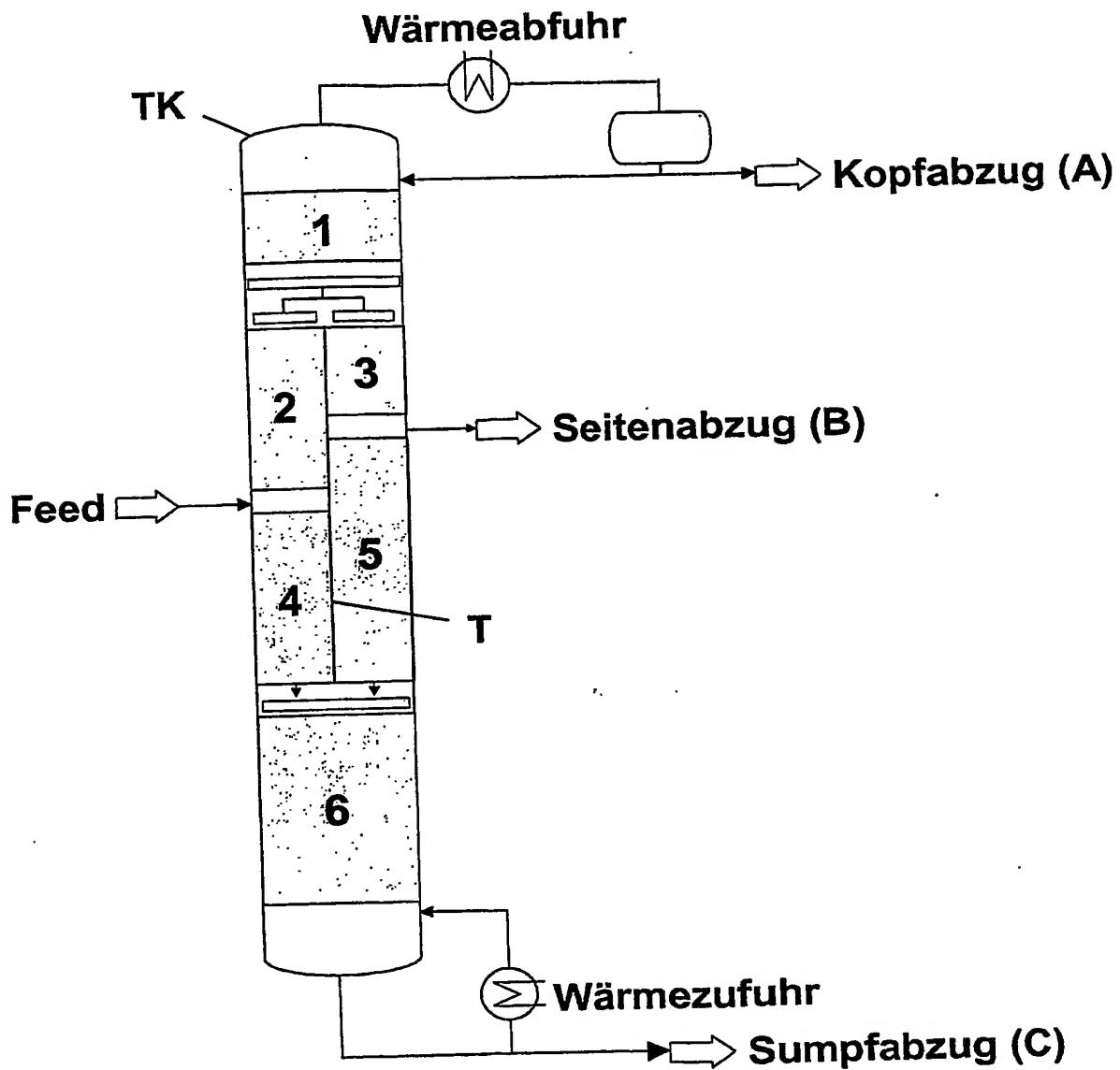
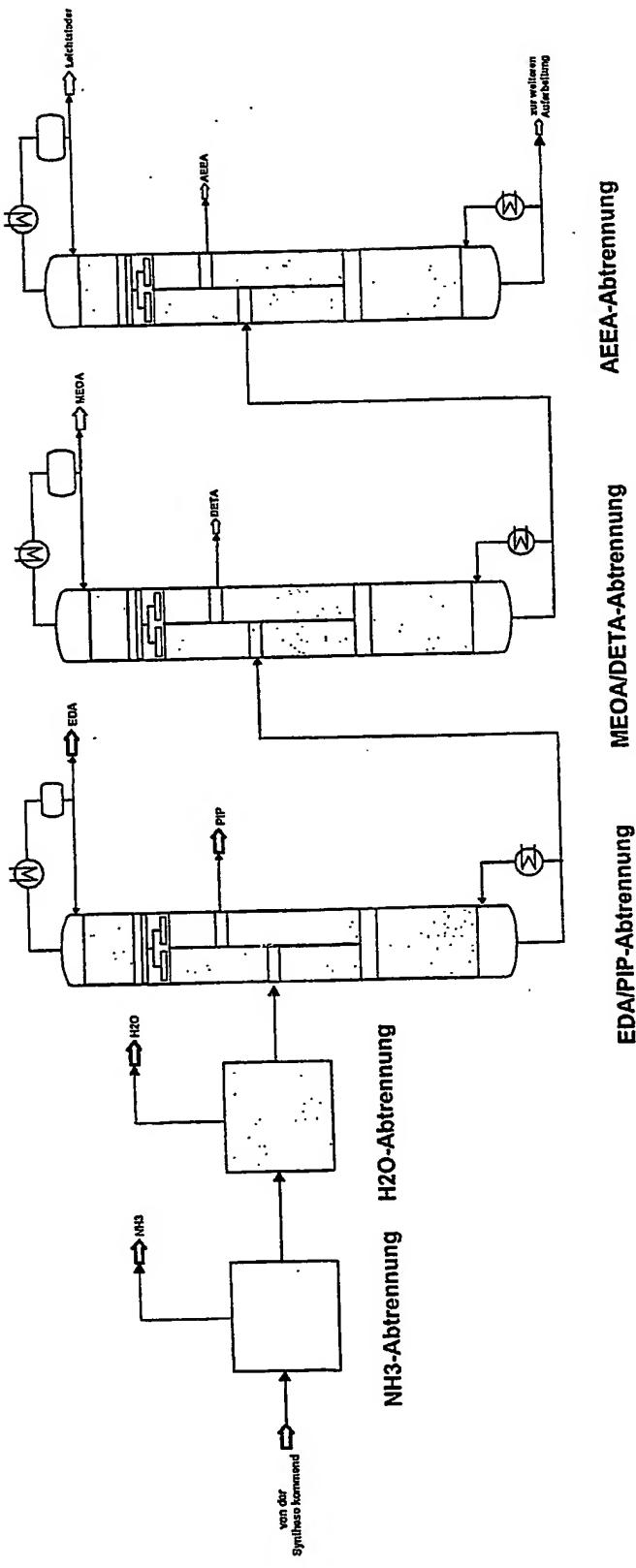


Abbildung 2

Schematische Darstellung der Aufarbeitung eines Ethylenamine-Gemisches unter Verwendung von Trennwandkolonnen



Verfahren zur destillativen Auftrennung von Gemischen enthaltend Ethylenamine

Zusammenfassung

- 5 Verfahren zur destillativen Auftrennung von Gemischen enthaltend Ethylenamine, wo-
bei die Auftrennung in einer oder mehreren Trennwandkolonnen durchgeführt wird und
wobei es sich bei den Ethylenaminen insbesondere um Ethyldiamin (EDA), Pipera-
zin (PIP), Diethylentriamin (DETA), Aminoethylethanolamin (AEEA) und/oder Mo-
noethanolamin (MEOA) handelt.

10

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record.**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.